

[Previous Doc](#)

[Next Doc](#)

[Go to Doc#](#)

[First Hit](#)



Generate Collection

L6: Entry 2 of 7

File: JPAB

Jun 14, 1982

PUB-NO: JP357095899A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 57095899 A

TITLE: CORRECTING METHOD FOR DEFORMED SAPPHIRE SINGLE CRYSTAL SHEET

PUBN-DATE: June 14, 1982

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

TAKAHASHI, SHOICHI

MASUKAWA, KENICHI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

TOSHIBA CERAMICS CO LTD

APPL-NO: JP55173669

APPL-DATE: December 9, 1980

US-CL-CURRENT: 117/3; 117/950

INT-CL (IPC): C30B 29/20; C30B 33/00

ABSTRACT:

PURPOSE: To make a warped sapphire single crystal sheet applicable to the fields of electronic and optical industries, etc. by remarkably correcting the sheet by heat treatment at a specified temp.

CONSTITUTION: A sapphire single crystal is cut, ground, and further subjected to surface working such as lapping or polishing as required. The resulting sapphire single crystal sheet is heat treated at 1,150~1,400°C. Thus, sapphire single crystal sheets with high accuracy in planeness, parallelism, thickness, crystal orientation, etc. can be manufactured easily in a short time in a high yield, and the sheets can be used as a substrate for SOS, a window plate for ultraviolet rays, etc.

COPYRIGHT: (C)1982,JPO&Japio

[Previous Doc](#)

[Next Doc](#)

[Go to Doc#](#)

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57—95899

⑪ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 30 B 29/20  
33/00

識別記号

庁内整理番号  
6703—4G  
6703—4G

⑬ 公開 昭和57年(1982)6月14日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ サファイア単結晶薄板の変形矯正方法

⑯ 発明者 増川健一

秦野市曾屋30番東芝セラミックス株式会社内

⑰ 特 願 昭55—173669

⑱ 出 願 昭55(1980)12月9日

⑲ 出 願 人 東芝セラミックス株式会社

⑳ 発 明 者 高橋捷一

東京都新宿区西新宿1丁目26番2号

秦野市曾屋30番東芝セラミックス株式会社内

㉑ 代 理 人 弁理士 鈴江武彦 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

サファイア単結晶薄板の変形矯正方法

2. 特許請求の範囲

サファイア単結晶薄板を1150～1400℃の温度下にて熱処理せしめることを特徴とするサファイア単結晶薄板の変形矯正方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はサファイア単結晶薄板の変形矯正方法に関する。

最近、サファイア単結晶の育成技術が進歩し、大形で品質の優れた結晶が得られるようになった。こうしたことから、サファイア単結晶の薄板を、半導体工業を始めとする電子工業分野、或いは光学工業分野で使用するようになってきた。例えば、808用基板、集積回路用基板、紫外線用窓板、赤外線用板材などである。かかる薄板は高精度の光学系、或いは電子光学系のなかで使用されるため、その平面度、平行度、厚み、結晶方位などの精度が高くなければなら

ない。

ところで、従来のサファイア単結晶薄板はサファイア単結晶を切断加工し、更に研削、必要に応じてラッピング、ポリッシングなどの表面加工を繰り返して製作されるが、研削後、或いは表面加工後の薄板は4～7μm/mmのそりが生じる。こうしたそりが発生したサファイア単結晶薄板は使用上種々の問題を生じる。例えば、サファイア単結晶薄板から808基板を製作し、この基板のシリコン層に高精度の複数の素子をフォトリソグラフィングプロセスにより形成する際、808基板の平面度が25μm以下、平行度は7.5μm以下でなければならず、上述のような多大なそりが発生すると高精度の素子形成に支障となる。

このようなことから、上記サファイア単結晶薄板のそりを表面加工技術によつて解消することが行なわれているが、熟練した技術者を必要とするばかりか、多大な時間を要し、かつ歩留りも低いという難点があった。

これに対し、本発明者は上記欠点を克服すべく鋭意研究を重ねた結果、サファイア単結晶を切断し研削すること、或いは更に表面加工することにより製作したサファイア単結晶薄板を1150～1400℃で熱処理することによって、該薄板のそりを著しく矯正できる方法を見出した。このような熱処理により薄板のそりが矯正される機構は明らかではないが、本発明者らの研究によれば次のような理由によるものと考えられる。即ち、サファイア単結晶を切断加工、研削加工したり、表面加工を施すと、切り出されたサファイア単結晶薄板に応力が加わり、これら<sup>my</sup>歪となつて薄板にそりが発生する。しかるに、この薄板に所定の温度下で熱処理を施すと、薄板内の歪が解消されて元の状態に復帰しようとする作用が働きそりが矯正（緩和）されるものと考えられる。

すなわち、本発明はサファイア単結晶薄板を1150～1400℃の温度下にて熱処理せしめることを特徴とするものである。

3

いう速度で徐冷することを必要とし、本発明の熱処理とは全く異なる。事実、本発明の熱処理を上記アニーリングに適用しても十分な歪の除去を達成できない。

次に、本発明の実施例を説明する。

#### 実施例1

まず、直径76mm、厚さ30mmの円柱からなるサファイア単結晶インゴットから808番板用の円板を切り出した。この円板は厚さが平均0.76mm、円板内の厚みの差(Δt)が平均0.076mm、切断面のそり量が平均0.089mmであつた。つづいて、円板を両面研削盤に取付け、両面から研削して平均厚さ0.60mm、平均厚み差0.015mm、平均そり量0.012mmの研削円板を製作した。ひきつづき、直径230mm、平面度3μmの4枚の鉄製プレートに前記研削円板を各プレート毎に5枚合計20枚貼り付けた後、それら円板片面を平面研削機で研削した。研削後、研磨したままの状態では各円板の平面度を測定したところ、平均4μmであつた。

5

本発明におけるサファイア単結晶薄板とはサファイア単結晶を切断加工し、研削することにより得たもの、研削後さらにラッピングやポリッシングなどの表面加工を施すことにより得たもの、である。

本発明において熱処理温度を上記範囲に限定した理由は、その温度を1150℃未満にすると薄板のそり矯正効果が十分出ず、かといつて1400℃を越えるとサファイア単結晶薄板への不純物の拡散が顕著となり薄板の汚染を招く他、1400℃以上にしてそれ以上の矯正効果が期待できず経済性の点からも不利である。

なお、従来においてサファイア単結晶を1800～1900℃で5～10時間加熱した後、200℃/時間以下の速度で徐冷することによつて、結晶内部に残存する結晶成長時に生じた歪を除去するアニーリングが行なわれている。しかしながら、かかる方法はその目的から1800～1900℃という高い温度で、5～10時間という長い時間熱処理し、これを200℃/時間と

4

次いで、前記鉄製プレートの中の2枚から合計10枚の円板を剥がし、他の2枚のプレートには10枚の円板をそのまま貼り付けておいた。剥がした10枚の円板をアルミナ質盤に1枚づつ並べて平に置き、このアルミナ質盤をアルミナ質炉心管に装填した後、電気炉に入れ大気中で1250℃まで加熱し、その温度で1時間保持して熱処理を行なつた。その後、炉への通電を停止し室温まで冷却してから円板を取り出し、再び10枚の円板を前記2枚の鉄製プレートに接着した。このように熱処理した円板と、熱処理せず研磨したまま置いた円板を、同時にその表面欠陥が全くなくなるまで研磨した後、全ての円板を剥がし、所定の洗滌を行ない、各円板の厚み、金板厚差(Δt)、そり量を測定したところ、下記第1表の如き結果となつた。

6

第 1 表

熱処理を施したもの				熱処理を施さなかつたもの			
試料	平均厚み ( $\mu\text{m}$ )	全板厚差 ( $\mu\text{m}$ )	そり量 ( $\mu\text{m}$ )	試料	平均厚み ( $\mu\text{m}$ )	全板厚差 ( $\mu\text{m}$ )	そり量 ( $\mu\text{m}$ )
A-1	485	13	12	B-1	524	15	150
A-2	483	12	10	B-2	521	18	170
A-3	483	12	13	B-3	525	16	150
A-4	476	14	14	B-4	531	15	180
A-5	482	10	11	B-5	535	19	190
A-6	476	7	12	B-6	506	14	130
A-7	474	10	11	B-7	508	13	170
A-8	479	11	9	B-8	507	16	150
A-9	473	8	13	B-9	507	14	160
A-10	476	9	10	B-10	505	17	180

7

5枚の円板を剥がし、他の1枚のプレートには5枚の円板をそのまま貼り付けておいた。剥がした5枚の円板をアルミナ質ボートに1枚ずつ所定間隔で立てかけ、このボートをアルミナ質炉心管に装填した後、電気炉に入れ、大気中にて昇温速度400℃/時間で1150℃まで加熱し、その温度を3時間保持した。その後、炉への通電を停止し室温まで放冷してから、円板を取り出し再び5枚の円板を前記1枚の鉄製プレートに接着した。このように熱処理した円板と、熱処理せず接着したまま置いた円板を、同時にその表面欠陥が全くなくなるまで化学研磨した後、全ての円板を剥がし、所定の洗滌を行ない、各円板の厚み、全板厚差(Δt)、そり量を測定したところ、下記第2表の如き結果となつた。

9

第 2 表

熱処理を施したもの				熱処理を施さなかつたもの			
試料	平均厚み	全板厚差	そり量	試料	平均厚み	全板厚差	そり量
C-1	490 ( $\mu\text{m}$ )	12 ( $\mu\text{m}$ )	8 ( $\mu\text{m}$ )	D-1	508 ( $\mu\text{m}$ )	14 ( $\mu\text{m}$ )	170 ( $\mu\text{m}$ )
C-2	492	10	11	D-2	507	17	150
C-3	490	8	5	D-3	506	20	190
C-4	493	9	7	D-4	509	18	200
C-5	495	8	12	D-5	507	19	180

10

上記第1表から明らかな如く、熱処理を施したサファイア単結晶円板は施さなかつた円板に比べて全板厚差(Δt)、そり量ともに減少し、特にそり量は激減し、熱処理によつて円板のそりが極めて効果的に矯正されることがわかる。

## 実施例2

リボン状に育成した幅80mm、厚み1mmのサファイア単結晶素材を加工して直径76mmの円板にくり抜き、この円板を両面研削盤に取付け、両面から研削して平均厚さ568 $\mu\text{m}$ 、平均厚み差11 $\mu\text{m}$ 、平均そり量8 $\mu\text{m}$ の研削円板を作成した。つづいて、直径230mm、平面度3 $\mu\text{m}$ の2枚の鉄製プレートに前記研削円板を各プレート毎に5枚合計10枚貼り付けた後、それら円板片面を平面研削機で研削した。研削後、接着したままの状態では各円板の平面度を測定したところ、平均3 $\mu\text{m}$ であつた。ひきつづき、これら円板の研削面をダイヤモンド砥粒を用いて研磨した。

次いで、前記鉄製プレートのうちの1枚から

## 実施例 3.

寸法が  $100\text{mm}^L \times 100\text{mm}^W \times 30\text{mm}^T$  のサファイア単結晶ブロックを切断加工し厚さ  $1.8\text{mm}$  の角板を切り出した。この角板は平均厚さが  $1.83\text{mm}$ 、平均厚み差が  $0.097\text{mm}$ 、平均そり量が  $0.093\text{mm}$  であつた。つづいて、直径  $230\text{mm}$ 、平面度  $3\mu\text{m}$  の 2 枚の高密度アルミナプレートに前記角板を各プレート毎に 4 枚合計 8 枚貼り付けた後、それら角板片面を平面研削機で研削した。研削後、接合したままの状態で各角板の平面度を測定したところ、平均  $3\mu\text{m}$  であつた。ひきつづき、これら角板をその研削面のスクラツチやピットなどの欠陥が完全になくなるまで研磨した。更に、各角板をアルミナプレートから剥がし、裏返しにして再び同じプレートに貼り付けた後、研削機で研削し、各角板の厚さと平面度を測定したところ、平均厚さは  $1.648\text{mm}$ 、平均平面度は  $3\mu\text{m}$  であつた。その後、角板の片面を再度、スクラツチやピットなどの欠陥が完全になくなるまで研磨した。

11

表 3

熱処理を施したものの				熱処理を施さなかつたものの			
試料	平均厚み (mm)	全板厚差 ( $\mu\text{m}$ )	平面度 ( $\mu\text{m}$ )	試料	平均厚み (mm)	全板厚差 ( $\mu\text{m}$ )	平面度 ( $\mu\text{m}$ )
E-1	1.610	14	5	P-1	1.608	13	14
E-2	1.610	10	5	P-2	1.607	11	10
E-3	1.608	7	4	P-3	1.609	12	15
E-4	1.610	9	5	P-4	1.610	13	17

13

次いで、前記アルミナプレートのうちの 1 枚から 4 枚の角板を剥がし、他の 1 枚のプレートには 4 枚の角板をそのまま貼り付けておいた。剥がした 4 枚の角板を洗滌し、アルミナ質ボートに所定間隔をあけて立てかけ、このボートをアルミナ質炉心管に装填し、更に炉心管に酸素導入管を接続した後、SiC 発熱体を備えた電気炉に入れ、酸素ガスの雰囲気中にて昇温速度  $300^\circ\text{C}/\text{時間}$  で  $1300^\circ\text{C}$  まで加熱し、その温度を  $0.5$  時間保持した。その後、炉への通電を停止し、酸素ガスを供給しながら室温まで放冷してから、角板を取り出し再び 4 枚の角板を前記 1 枚のアルミナプレートに接合した。このように熱処理した角板と、熱処理せずに接合したまま置いた円板との厚み、全板厚差 (41)、そり量を測定したところ、下記第 3 表の如き結果となつた。

12

以上詳述した如く、本発明によればサファイア単結晶を切断し研削すること、或いは更に表面加工することにより製作したサファイア単結晶薄板を  $1150 \sim 1400^\circ\text{C}$  で熱処理することによつて、酸薄板のそりを著しく矯正でき、半導体工業などの電子工業分野、或いは光学工業分野に好適に利用し得るサファイア単結晶薄板を提供できる等顕著な効果を有する。

出願人代理人 弁理士 鈴 江 武 彦